

cite

PUB-NO: DE003204028A1

DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 3204028 A1

TITLE: Instrument for measuring thermal conductivity

PUBN-DATE: August 11, 1983

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
COMBERG, ALBERT DR	DE
OEPEN, HEINRICH	DE

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
PHILIPS PATENTVERWALTUNG	DE

APPL-NO: DE03204028

APPL-DATE: February 5, 1982

PRIORITY-DATA: DE03204028A (February 5, 1982)

INT-CL (IPC): G01N025/18

EUR-CL (EPC): G01N025/18

US-CL-CURRENT: 374/44

ABSTRACT:

CHG DATE=19990617 STATUS=O> The instrument measures the thermal conductivity of thin, porous or powdered material samples under vacuum using a vertical heat chain comprising an upper, heated reference element (1), the material sample (2) and a lower, cooled reference element (3). The pressure exerted on the material sample (2) by the weight of the upper reference element (1) is set to a predetermined value with the aid of a variable counterweight (17) connected mechanically to the upper reference element (1). <IMAGE>

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 3204028 A1

⑯ Int. Cl. 3:  
G 01 N 25/18

DE 3204028 A1

⑯ Aktenzeichen: P 32 04 028.8  
⑯ Anmeldetag: 5. 2. 82  
⑯ Offenlegungstag: 11. 8. 83

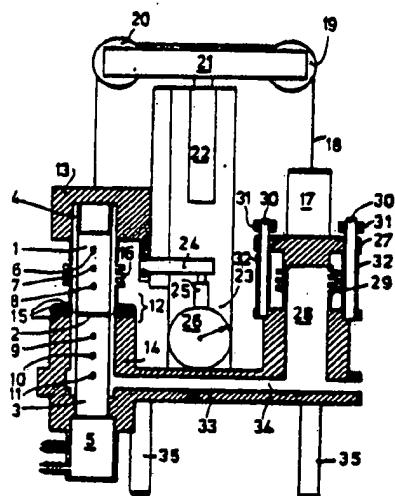
⑯ Anmelder:  
Philips Patentverwaltung GmbH, 2000 Hamburg, DE

⑯ Erfinder:  
Comberg, Albert, Dr.; Oepen, Heinrich, 5100 Aachen,  
DE

Behördeneigentum

⑯ Gerät zum Messen der Wärmeleitfähigkeit

Das Gerät misst die Wärmeleitfähigkeit dünner poröser bzw. pulverförmiger Materialproben unter Vakuum mit einer vertikal angeordneten Wärmekette, die aus einem oberen, erhitzten Bezugselement (1), der Materialprobe (2) und einem unteren, gekühlten Bezugselement (3) besteht. Hierbei wird der durch das Gewicht des oberen Bezugselementes (1) auf die Materialprobe (2) ausgeübte Druck mit Hilfe eines mit dem oberen Bezugselement (1) mechanisch verbundenen variablen Gegengewichtes (17) auf einen vorgebbaren Wert eingestellt.  
(32 04 028)



PATENTANSPRUCHE:

1. Gerät zum Messen der Wärmeleitfähigkeit dünner poröser bzw. pulverförmiger Materialproben nach dem Plattenverfahren unter Vakuum mit einer vertikal angeordneten Wärmekette, bestehend aus einem erhitzten Bezugselement, der Materialprobe und einem gekühlten Bezugselement, die miteinander durch aneinanderliegende Flächen in Wärmekontakt stehen, sowie einer Meßvorrichtung für den Temperaturgradienten der Wärmekette,  
dadurch gekennzeichnet, daß der durch das Gewicht des oberen Bezugselementes (1) auf die Materialprobe (2) ausgeübte Druck mit Hilfe eines mit dem oberen Bezugselement (1) mechanisch verbundenen variablen Gegengewichtes (17) auf einen vorgebbaren Wert einstellbar ist.
152. Gerät nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet, daß das obere Bezugselement (1) und das Gegengewicht (17) an einem über eine Umlenkvorrichtung (21) geführten Seil (18) hängt.
203. Gerät nach Anspruch 2,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Seilumlenkvorrichtung (21) vorzugsweise über einen Ständer vertikal bewegbar ist.
4. Gerät nach einem der Ansprüche 1 bis 3,  
25 dadurch gekennzeichnet, daß das obere Bezugselement (1) mit einer Vorrichtung zum Messen der Materialprobendicke mechanisch verbunden ist.

9.

5. Gerät nach Anspruch 4,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung zum Messen der Materialprobendicke als elektrischer, vorzugsweise induktiver Wegeaufnehmer (25) ausgebildet ist.

5

6. Gerät nach einem der Ansprüche 1 bis 5,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmekette (1, 2, 3) in einem evakuierbaren, vorzugsweise zylindrischen Gefäß (12) angeordnet ist.

10

7. Gerät nach Anspruch 6,  
dadurch gekennzeichnet, daß das evakuierbare Gefäß (12) aus einem mit dem oberen Bezugselement (1) mechanisch verbundenen Oberteil (13) und einem Unterteil (14) besteht, die über <sup>15</sup> einen Dichtflansch (15) miteinander verbunden sind.

8. Gerät nach Anspruch 6 oder 7,  
dadurch gekennzeichnet, daß das Oberteil (13) mit einem elastischen Faltenbalg (16) versehen ist.

20

9. Gerät nach Anspruch 6 bis 8,  
dadurch gekennzeichnet, daß das Gegengewicht (17) mit der Deckfläche eines weiteren evakuierbaren Gefäßes (28) mit ähnlicher Aufbauform und gleichem wirksamen Querschnitt <sup>25</sup> verbunden ist, und daß beide Gefäße (12, 28) über einen gemeinsamen Evakuierungskanal (34) verbunden sind.

10. Gerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche,  
dadurch gekennzeichnet, daß beide Gefäße (12, 28) dicht auf <sup>30</sup> eine Trägerplatte (33) zur Aufnahme der Seilumlenkvorrichtung (21) aufgesetzt sind.

11. Gerät nach Anspruch 10,  
dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerplatte (33) mit einer <sup>35</sup> Bohrung zur Bildung eines Evakuierungskanals (34) versehen ist.

**"Gerät zum Messen der Wärmeleitfähigkeit"**

Die Erfindung bezieht sich auf ein Gerät zum Messen der Wärmeleitfähigkeit dünner poröser bzw. pulverförmiger Materialproben nach dem Plattenverfahren unter Vakuum mit einer vertikal angeordneten Wärmekette, bestehend aus einem 5 erhitzten Bezugselement, der Materialprobe und einem gekühlten Bezugselement, die miteinander durch aneinanderliegende Flächen in Wärmekontakt stehen, sowie einer Meßvorrichtung für den Temperaturgradienten der Wärmekette.

10 Das Gerät kann z.B. die Wärmeleitfähigkeit von Phosphor messen, der in Fernseh-Bildröhren benötigt wird.

Eine Vorrichtung zum Messen der Wärmeleitfähigkeit fester Stoffe ist aus der DE-AS 11 29 315 bekannt. Hierin wird eine 15 Meßvorrichtung beschrieben, in der die aus Bezugselementen und dem Prüfling bestehende Wärmekette in eine Spannvorrichtung eingesetzt ist, wobei auf den Prüfling Druckkräfte ausgeübt werden. Dies kann zur Zerstörung von druckempfindlichen Materialien führen.

20 Aufgabe der Erfindung ist es, ein Gerät zum Messen der Wärmeleitfähigkeit von Material zu schaffen, dessen äußere Form aufgrund eines druckempfindlichen Feststoffgerüstes bzw. aufgrund seiner pulverförmigen Beschaffenheit nicht 25 oder nur geringfügig einer Druckbeanspruchung ausgesetzt werden darf.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der 30 durch das Gewicht des oberen Bezugselementes auf die Materialprobe ausgeübte Druck mit Hilfe eines mit dem oberen Bezugselement mechanisch verbundenen variablen Gegengewichtes auf einen vorgebbaren Wert einstellbar ist. Dadurch

läßt sich die von dem oberen Bezugselement auf die Materialprobe ausgeübte Kraft sehr genau der Druckempfindlichkeit des untersuchten Materials anpassen und auf diesen Wert konstant halten.

5

Da es notwendig ist, die Dicke der Materialprobe genau zu bestimmen, ist das obere Bezugselement mit einer Vorrichtung zum Messen der Materialprobendicke mechanisch verbunden, der als elektrischer vorzugsweise induktiver Wegeaufnehmer ausgebildet ist. Um Meßfehler aufgrund des in dem Feststoffgerüst eingeschlossenen Gases zu vermeiden, ist in einer Ausgestaltung der Erfindung die Wärmekette in einem evakuierbaren, vorzugsweise zylindrischen Gefäß angeordnet.

15

Ein schneller Probenwechsel wird dadurch ermöglicht, daß das evakuierbare Gefäß aus einem mit dem oberen Bezugselement mechanisch verbundenen Oberteil und einem Unterteil besteht, die über einen Dichtflansch miteinander verbunden sind. Da das Oberteil mit einem elastischen Faltenbalg versehen ist, können die Materialproben unterschiedliche Dicke aufweisen.

25

Damit die beim Evakuieren des Vakuumgefäßes durch das obere Bezugselement auf die Materialprobe ausgeübte Kraft nicht ansteigt, ist das Gegengewicht mit der Deckfläche eines weiteren evakuierbaren Gefäßes mit ähnlicher Aufbauform und gleichem wirksamen Querschnitt verbunden. Beide Gefäße sind über einen gemeinsamen Evakuierungskanal verbunden.

30

Anhand der Zeichnungen wird ein Ausführungsbeispiel der Erfindung beschrieben und seine Wirkungsweise erläutert. Es zeigen

Fig. 1 eine Vorderansicht des Meßgerätes und  
Fig. 2 den Wärmegradienten der Wärmekette.

5.

Die Wärmekette in Fig. 1 besteht aus einem erhitzten oberen Bezugselement 1, einer dünnenschichtigen Materialprobe 2 und einem unteren gekühlten Bezugselement 3. Als Wärmequelle ist an dem oberen Bezugselement 1 auf der der Materialprobe 2 abgewandten Seite ein elektrischer Heizkörper 4 angebracht. Das untere Bezugselement 3 wird durch Kühlflüssigkeit in der Kühlkammer 5 gekühlt.

Das obere Bezugselement 1, die Materialprobe 2 und das untere Bezugselement 3 stehen in Wärmekontakt. Vorzugsweise als Thermoelemente ausgebildete Temperaturmeßglieder sind in den Bohrungen 6 bis 11 an den Bezugselementen 1 und 3 angebracht. Für die Messung muß der Abstand der einzelnen Thermoelemente voneinander und von der Materialprobe 2 bekannt sein. Die Wärmekette 1, 2, 3 ist in einem evakuierbaren Gefäß 12 angeordnet, das aus einem mit dem oberen Bezugselement 1 verbundenen Oberteil 13 und einem Unterteil 14 besteht. Ein Dichtflansch 15 verbindet die beiden Teile. Das Oberteil 13 hat einen Faltenbalg 16.

Ein mit dem Oberteil 13 des Vakuumgefäßes 12 mechanisch verbundenes auswechselbares Gegengewicht 17 ermöglicht es, den Druck auf die Materialprobe 2 genau einzustellen. Das Gefäßoberteil 13 und das Gegengewicht 17 hängen an einem Seil 18, das über zwei Rollen 19 und 20 einer Seilumlenkvorrichtung 21 geführt ist. Durch eine hydraulische Hebevorrichtung 22 kann die Seilumlenkvorrichtung 21 in vertikaler Richtung bewegt werden. Über das Gefäßoberteil 13 ist das obere Bezugselement 1 mit einer Vorrichtung 23 zum Messen der Dicke der Materialprobe 2 mechanisch verbunden. Die Meßvorrichtung 23 besteht aus einem Hebel 24, der mit dem Gefäßoberteil 13 verbunden ist. Der Hebel 24 drückt auf einen induktiven Geber 25, dessen Stellung an einem Instrument 26 ablesbar ist. Somit erfaßt der induktive Geber 25 über den Hebel 24, das Gefäßoberteil 13 und das obere Bezugselement 1 die Dicke

• 6 •

der Materialprobe 2 und zeigt sie am Instrument 26 an.

Das Gegengewicht 17 ist mit dem Oberteil 27 eines weiteren evakuierbaren Gefäßes 28 verbunden, das einen Faltenbalg 29 aufweist, und dessen Aufbau dem des evakuierbaren Gefäßes 12 ähnelt. Die Gefäße 12 und 28 haben den gleichen wirksamen Querschnitt. Das Gefäßoberteil 27 ist über mehrere Bolzen 30 zwischen zwei Anschlagelementen 31 und 32 geführt. Die Seilumlenkvorrichtung 21 und die beiden evakuierbaren Gefäße 12 und 28 sind auf eine Trägerplatte 33 aufgesetzt. Der als Bohrung der Trägerplatte 33 ausgebildete Evakuierungskanal 34 verbindet die beiden evakuierbaren Gefäße 12 und 28. Die Trägerplatte 33 steht auf drei Edelstahlwellen 35.

Um eine Materialprobe 2 zwischen die beiden Bezugselemente 1 und 3 legen zu können, wird die Seilumlenkvorrichtung 21 durch die hydraulische Hebevorrichtung 22 vertikal nach oben bewegt. Dadurch wird das Gefäßoberteil 13 und das obere Bezugselement 1 von dem Seil 18 nach oben gezogen, und die Materialprobe 2 kann auf das untere Bezugselement 3 gelegt werden. Anschließend senkt die hydraulische Hebevorrichtung 22 die Seilumlenkvorrichtung 21 und damit auch das an dem Seil 18 hängende Gefäßoberteil 13 mit dem oberen Bezugselement 1 ab.

25

Der Wärmekontakt zwischen oberem Bezugselement 1, Materialprobe 2 und unterem Bezugselement 3 ist dann hergestellt, wenn das Gefäßoberteil 27 während der Abwärtsbewegung der Seilumlenkvorrichtung 21 entlang der Bolzen 30 soweit abgesenkt ist, daß es weder das Anschlagelement 31 noch das Anschlagelement 32 berührt. Erst wenn sich das Oberteil 27 des evakuierbaren Gefäßes 28 in der beschriebenen Position befindet, läßt sich aus der Differenz der beiden an dem Seil 18 hängenden Gewichte 13 und 17 der Druck des oberen Bezugselementes 1 auf die Materialprobe 2 berechnen und auf einen berechneten Wert konstant halten.

Über den Kanal 34 werden die beiden Gefäße 12 und 28 evakuiert. Ist nach Einschalten des Heizkörpers 4 und der Kühlvorrichtung 5 ein stationärer thermischer Zustand innerhalb der Wärmekette erreicht, dann kann mit Hilfe der in den 5 Bohrungen 6 bis 11 angebrachten Thermoelemente der Temperaturverlauf zwischen den Bezugselementen 1 und 3 gemessen werden. Am Instrument 26 ist die Dicke der Materialprobe abzulesen.

10 Mit Hilfe der Meßergebnisse läßt sich der in Fig. 2 dargestellte Wärmegradient der Wärmekette skizzieren. Auf der waagerechten Achse ist der Temperaturmeßort der in den Bohrungen 6 bis 11 angeordneten Thermoelemente und der Materialprobe 2 maßstabsgerecht eingezeichnet. Auf der senkrechten Achse der Graphik nach Fig. 2 sind die von den Thermoelementen gemessenen Temperaturen eingezeichnet. Die Temperaturen der Stirnflächen des Bezugselementes 1 ( $T_o$ ) und des Bezugselementes 2 ( $T_u$ ) ergeben sich aus den Schnittpunkten der aus den gemessenen Temperaturwerten extrapolierte 15 ten Geraden mit den die Materialprobe andeutenden gestrichelten Linien.

Zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  eines Materials mißt man den in Fig. 2 eingezeichneten Temperaturgradienten 25 von zwei unterschiedlich dicken Proben dieses Materials. Für jede der Materialproben berechnet man aus der Formel

$$Q = \lambda_1 \frac{\Delta T_1}{\Delta x}$$

30

die Wärmestromdichte  $Q$ , wobei  $\lambda_1$  die bekannte Wärmeleitfähigkeit des Materials ist, aus dem die Bezugselemente 1 und 3 bestehen,  $\Delta T_1$  die Differenz der Temperaturwerte zweier benachbarten Thermoelemente ist und  $\Delta x$  der Abstand 35 dieser beiden Thermoelemente ist. Weiterhin berechnet man

8.

für jede der Materialproben den Quotienten aus der extrapolierten Temperaturdifferenz  $\Delta T$  der Stirnflächen der beiden Bezugselemente 1 und 3 und der Wärmestromdichte  $Q$ , so daß man anhand der Formel

5

$$\lambda = \frac{\Delta l}{\Delta(\frac{\Delta T}{Q})} \left\{ \text{mit } \Delta T = T_o - T_u \right\}$$

die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  des Materials berechnen kann. Hierbei bedeuten  $\Delta l$  der Dickenunterschied der beiden gemessenen Materialproben und  $\Delta(\frac{\Delta T}{Q})$  die Differenz aus dem für jede Materialprobe berechneten Quotienten aus  $\Delta T$  und  $Q$ . Bei beiden Materialproben ist der Preßdruck des oberen Bezugselementes 1 auf die Probe 2 gleich.

15

20

25

30

35

-9-  
Nummer:  
Int. Cl.<sup>3</sup>:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

3204028  
G 01 N 25/18  
5. Februar 1982  
11. August 1983

1/1

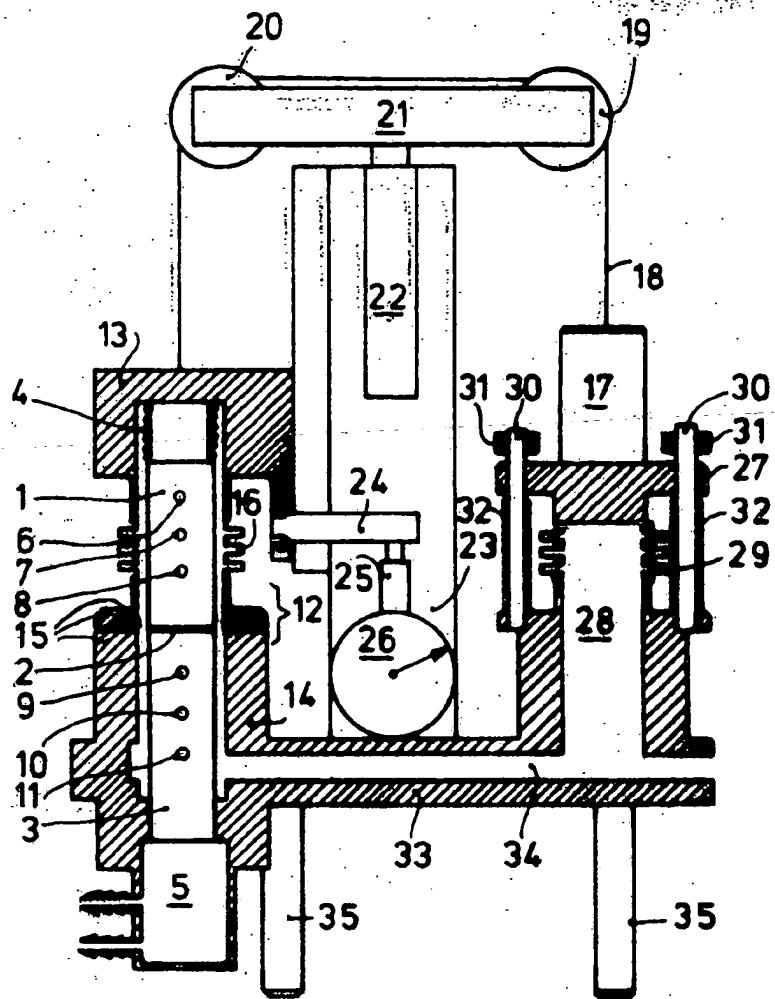


Fig.1

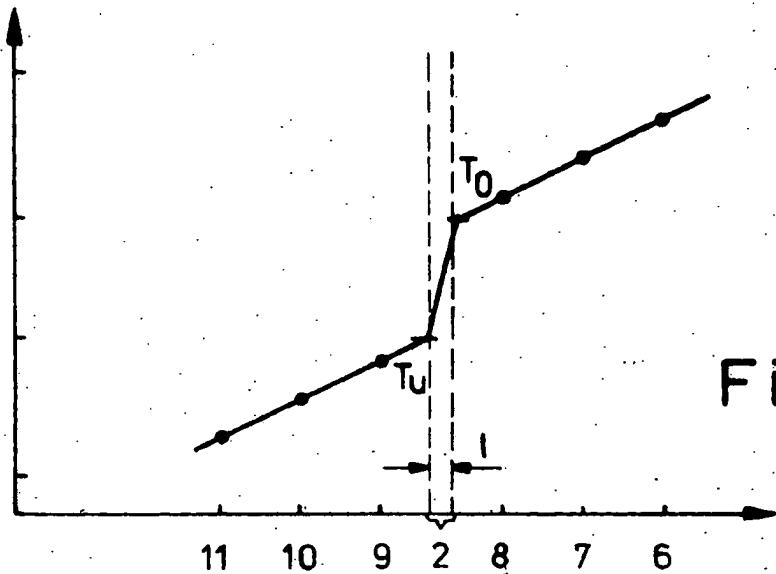


Fig.2